

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION CONCERNING
SUBMISSION OR TRANSMITTAL
OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

MIYOSHI, Hidekazu
Toranomon Daiichi Building
9th Floor, 2-3, Toranomon 1-chome
Minato-ku
Tokyo 1050001
Japan

2005

RECEIVED

2004. 5. 7

Date of mailing (day/month/year) 28 April 2004 (28.04.2004)	
Applicant's or agent's file reference JHTK-60-PCT	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/JP2004/000945	International filing date (day/month/year) 30 January 2004 (30.01.2004)
International publication date (day/month/year) Not yet published	Priority date (day/month/year) 30 January 2003 (30.01.2003)
Applicant HITACHI CHEMICAL CO., LTD. et al	

- By means of this Form, which replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents, the applicant is hereby notified of the date of receipt by the International Bureau of the priority document(s) relating to all earlier application(s) whose priority is claimed. Unless otherwise indicated by the letters "NR", in the right-hand column or by an asterisk appearing next to a date of receipt, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- (If applicable) The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a **priority document which, on the date of mailing of this Form, had not yet been received by the International Bureau** under Rule 17.1(a) or (b). Where, under Rule 17.1(a), the priority document must be submitted by the applicant to the receiving Office or the International Bureau, but the applicant fails to submit the priority document within the applicable time limit under that Rule, **the attention of the applicant is directed** to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- (If applicable) An asterisk(*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a **priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b)** (the priority document was received after the time limit prescribed in Rule 17.1(a) or the request to prepare and transmit the priority document was submitted to the receiving Office after the applicable time limit under Rule 17.1(b)). Even though the priority document was not furnished in compliance with Rule 17.1(a) or (b), the International Bureau will nevertheless transmit a copy of the document to the designated Offices, for their consideration. In case such a copy is not accepted by the designated Office as priority document, Rule 17.1(c) provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

<u>Priority date</u>	<u>Priority application No.</u>	<u>Country or regional Office or PCT receiving Office</u>	<u>Date of receipt of priority document</u>
30 Janu 2003 (30.01.2003)	2003-022571	JP	18 Marc 2004 (18.03.2004)

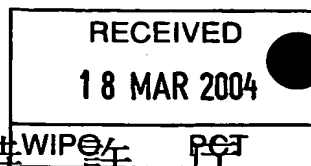
The International Bureau of WIPO
34, chemin des Colombettes
1211 Geneva 20, Switzerland

Facsimile No. (41-22) 338.90.90

Authorized officer

Patrick BLANCO (Fax 338 9090)

Telephone No. (41-22) 338 8702



10 / 529000
25 FEB 2005
PCT/JP 2004/000945

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

30. 1. 2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年 1月30日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-022571
[ST. 10/C]: [JP 2003-022571]

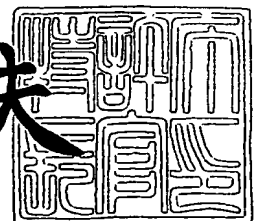
出 願 人
Applicant(s): 日立化成工業株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 3月 4日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3016446

【書類名】 特許願

【整理番号】 15000320

【提出日】 平成15年 1月30日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B29B 7/00
C08J 3/20
H01L 23/29

【発明の名称】 半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法

【請求項の数】 6

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県結城市大字鹿窪 1 7 7 2 - 1 日立化成工業株式会社 下館事業所内

【氏名】 石川原 光男

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県下館市大字五所宮 1 1 5 0 番地 日立化成工業株式会社 五所宮事業所内

【氏名】 田谷 浩司

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県結城市大字鹿窪 1 7 7 2 - 1 日立化成工業株式会社 下館事業所内

【氏名】 山田 建雄

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県結城市大字鹿窪 1 7 7 2 - 1 日立化成工業株式会社 下館事業所内

【氏名】 小林 力也

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県結城市大字鹿窪 1 7 7 2 - 1 日立化成工業株式会社 下館事業所内

【氏名】 海老原 秀樹

【特許出願人】

【識別番号】 000004455
【氏名又は名称】 日立化成工業株式会社
【代表者】 内ヶ崎 功
【電話番号】 03-5381-2403
【連絡先】 知的所有権室

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010043
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 混練装置を用いた半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法において、前記混練装置は、混練部の混練領域より前記エポキシ樹脂組成物の送り方向下流に吸引孔が設けられており、前記エポキシ樹脂組成物の送り方向上手及び下手にはそれぞれ供給口及び吐出口が設けられており、前記吸引孔を介して前記混練装置内部のガスを前記混練装置外部に排出すると同時に前記供給口及び前記吐出口部の開口を介して外気を吸引しながら前記エポキシ樹脂組成物を混練することを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法。

【請求項 2】 外気の吸引風量が $3 \sim 60 \text{ m}^3/\text{h}$ で、供給口部風量が $0.1 \sim 2 \text{ m}^3/\text{h}$ であることを特徴とする請求項 1 記載の半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法。

【請求項 3】 請求項 1 ～ 2 に記載の方法で製造された半導体封止用エポキシ樹脂組成物。

【請求項 4】 エポキシ樹脂、エポキシ樹脂の硬化剤、及び無機充填剤を含むことを特徴とする請求項 3 に記載の半導体封止用エポキシ樹脂組成物。

【請求項 5】 無機充填剤の配合量が組成物全体の $70 \sim 97$ 重量%であることを特徴とする請求項 4 に記載の半導体封止用エポキシ樹脂組成物。

【請求項 6】 請求項 4 ～ 5 に記載の半導体封止用エポキシ樹脂組成物により封止された半導体装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法、並びに前記方法により製造された半導体封止用エポキシ樹脂組成物、及び前記半導体封止用エポキシ樹脂組成物により封止された半導体装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

一般に、半導体封止用樹脂組成物は、電気特性、耐熱性、量産性等に優れるエポキシ樹脂とその硬化剤、触媒、離型剤、難燃剤、着色剤等の添加剤及び、組成比で70～95重量%を占める充填材から構成されている。また、その製造方法としては、樹脂組成物を構成する成分を所定量配合、混合後、ロール、1軸混練機、1軸混練機とロールの組み合わせ、または2軸混練機により混練を行い、混練物をシート状に圧延、冷却後粉碎を行い、必要に応じて円柱状のタブレットに加工するといった工程がとられている。これらの工程中、混練工程においては生産性に優れた2軸混練機が使われることが多くなっている。

【0003】

しかしながら、2軸混練機は密閉された内部構造を有していることから、混練物から揮発ガスが発生するとそのガスが混練機の吐き出し口を介して混練機の外部に放出されることとなる。その際、揮発ガスが2軸混練機の冷却されている吐き出し口部品に接触すると揮発ガスが冷却されて液化し、その液体が吐き出し口部品に付着する。とくに前記液体が混練機の吐き出し口近傍に付着すると、その液体が混練物に混入したりまたは混練物を冷却する圧延ロールに前記液体が落下するおそれがあった。

【0004】

この場合、前記液体が混練物中に混入すると、半導体パッケージのモールド時にボイド（空洞）が発生するおそれがあった。また前記液体が圧延ロールに付着すると装置を稼働させる上で支障をきたすおそれもあった。

【0005】

前記問題を改善する手段として、揮発ガスの脱気を効率よく行うべく、2軸混練機の脱気口の形状に特徴を持たせた発明が開示されている（特許文献1参照）。また、混練機内部を250 mmHg以下の減圧条件に保ち混練を行う方法も提案されている（特許文献2、3参照）。

【0006】

【特許文献1】

特開平7-314440号公報

【特許文献2】

特許第3009027号公報

【特許文献3】

特許第3320354号公報

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

これらの方法では、減圧条件を作り出すために混練部を混練物で閉塞する必要があり、吸い込み口への廻り、吐出口の詰まり等が発生しやすく連続生産が困難であった。

【0008】

そのため、従来の半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造現場では、混練装置を連続運転する場合、装置の一部に付着した樹脂組成物を取り除くといった所定のメンテナンスが行われていた。

【0009】

ところで、最近の半導体パッケージは薄型化しており、パッケージ中に占める半導体封止材料の厚みが一段と薄くなってきている。ボイドが存在すると所定の耐湿信頼性や、電気絶縁性を確保することが困難となる。そのため、ボイドの発生を防止するべく揮発成分を取り除く手段が強く求められていた。

【0010】

そこで、本発明は前記従来の問題点を解決するために、連続運転条件下においても揮発ガスの排出が効率よく行える半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】

即ち、第一の態様として、本発明は、混練装置を用いた半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法において、前記混練装置は、混練部の混練領域より前記エ

ポキシ樹脂組成物の送り方向下流に吸引孔が設けられており、前記エポキシ樹脂組成物の送り方向上手及び下手にはそれぞれ供給口及び吐出口が設けられており、前記吸引孔を介して前記混練装置内部のガスを前記混練装置外部に排出すると同時に前記供給口及び前記吐出口部の開口を介して外気を吸引しながら前記エポキシ樹脂組成物を混練することを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法に関する。

【0012】

前記混練装置を用いた半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法において、外気の吸引風量が $3 \sim 60 \text{ m}^3/\text{h}$ で、供給口部風量が $0.1 \sim 2 \text{ m}^3/\text{h}$ であることを特徴とする請求項1記載の半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法に関する。

【0013】

第二の様態として本発明は前記方法で製造された半導体封止用エポキシ樹脂組成物に関する。この場合、前記半導体封止用エポキシ樹脂組成物は、エポキシ樹脂、エポキシ樹脂の硬化剤、及び無機充填剤を含有することが好ましい。さらに、無機充填剤の配合量が組成物全体の $70 \sim 97$ 重量%であることがより好ましい。

【0014】

第三の様態として、本発明は、前記半導体封止用エポキシ樹脂組成物により封止された半導体装置に関する。

【0015】

【発明の実施の形態】

本発明の実施の形態について説明していく。

本発明の半導体封止用エポキシ樹脂組成物としては、エポキシ樹脂及びエポキシ樹脂の硬化剤を含有するもので、線膨張係数低減の観点からさらに無機充填剤を含有することが好ましい。

【0016】

まず本発明に用いられるエポキシ樹脂について説明する。

本発明で用いられるエポキシ樹脂としては、半導体封止用エポキシ樹脂組成物

で一般に使用されている、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂、トリフェニルメタン骨格を有するエポキシ樹脂をはじめとするフェノール、クレゾール、キシレノール、レゾルシン、カテコール、ビスフェノールA、ビスフェノールF等のフェノール類及び／又は α -ナフトール、 β -ナフトール、ジヒドロキシナフタレン等のナフトール類とホルムアルデヒド、アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、ベンズアルデヒド、サリチルアルデヒド等のアルデヒド基を有する化合物とを酸性触媒下で縮合又は共縮合させて得られるノボラック樹脂をエポキシ化したルノボラック型エポキシ樹脂、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールS、アルキル置換又は非置換のビスフェノール等のジグリシジルエーテル、スチルベン型エポキシ樹脂、ハイドロキノン型エポキシ樹脂、フタル酸、ダイマー酸等の多塩基酸とエピクロロヒドリンの反応により得られるグリシジルエステル型エポキシ樹脂、ジアミノジフェニルメタン、イソシアヌル酸などのポリアミンとエピクロロヒドリンの反応により得られるグリシジルアミン型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエンとフェノール類の共縮合樹脂のエポキシ化物、ビフェニル型エポキシ樹脂、ナフタレン環を有するエポキシ樹脂、ナフトール・アラキル樹脂のエポキシ化物、トリメチロールプロパン型エポキシ樹脂、テルペン変性エポキシ樹脂、オレフィン結合を過酢酸などの過酸で酸化して得られる線状脂肪族エポキシ樹脂、及び脂肪族エポキシ樹脂、硫黄原子含有エポキシ樹脂などが挙げられ、これらを単独で用いても2種以上を組み合わせ用いてもよい。

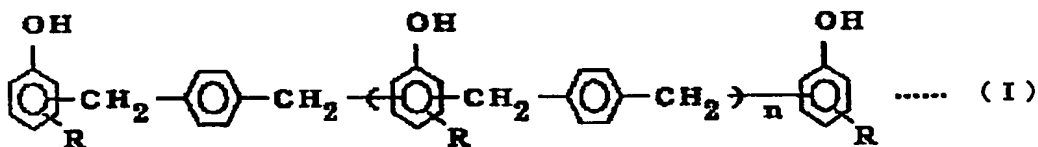
【0017】

また、上記エポキシ樹脂の硬化剤としては、半導体封止用エポキシ樹脂組成物で一般に使用されているもので、フェノール、クレゾール、レゾルシン、カテコール、ビスフェノールA、ビスフェノールF、フェニルフェノール、アミノフェノール等のフェノール類、これらのフェノール類及び／又は α -ナフトール、 β -ナフトール、ジヒドロキシナフタレン等のナフトール類とホルムアルデヒド、ベンズアルデヒド、サリチルアルデヒド等のアルデヒド基を有する化合物とを酸性触媒下で縮合又は共縮合させて得られるノボラック型フェノール樹脂、トリス(ヒドロキシフェニル)メタン、ジヒドロキシビフェニルなどの多種多価フェノ

ール化合物、分子中にビフェニル誘導体および／またはナフタレン誘導体を含むノボラック構造のフェノール樹脂、下記一般式（I）で表されるフェノール化合物等のフェノール・アラルキル樹脂、ナフトール・アラルキル樹脂、ビフェニル・アラルキル樹脂などのアラルキル型フェノール樹脂、フェノール類及び／又はナフトール類とシクロペンタジエンから共重合により合成される、ジクロペンタジエン型フェノールノボラック樹脂、ナフトールノボラック樹脂等のジクロペンタジエン型フェノール樹脂、テルペン変性フェノール樹脂、

【0018】

【化1】



（ただし、Rは炭素数1～4のアルキル基、nは0以上の整数を示す。）

無水マレイン酸、無水フタル酸、無水ピロメリット酸などの酸無水物、メタフェニレンジアミン、ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジフェニルスルホンなどの芳香族アミンなどが挙げられる。尚、これらの硬化剤は単独または2種以上併用して用いることができる。エポキシ樹脂に対する硬化剤の配合量は、エポキシ樹脂中のエポキシ基数／硬化剤中の水酸基の比を0.7～1.3の範囲に設定することが好ましい。

【0019】

本発明で用いられる無機充填剤としては、特に限定はないが、溶融シリカ粉末、結晶シリカ粉末、アルミナ、ジルコン、ケイ酸カルシウム、炭酸カルシウム、炭化珪素、窒化アルミ、窒化ホウ素、ベリリア、ジルコニア等の粉体、またはこれらを球形化したビーズ、チタン酸カリウム、炭化珪素、窒化珪素、アルミナ等の単結晶繊維、ガラス繊維等を1種類以上配合して用いることができる。さらに、難燃効果のある無機充填剤としては、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、ホウ酸亜鉛等が挙げられ、これらを単独または併用して用いることができる。尚、無機充填剤の配合量は、吸湿性、線膨張係数の低減の点から組成物全体の70～97重量%であることが好ましく、より好ましくは80～95重量%であ

る。

【0020】

また、本発明のエポキシ樹脂組成物には、必要に応じて2-メチルイミダゾール、2, 4-ジメチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、2-フェニルイミダゾール、2-フェニル-4-メチルイミダゾール、2-ヘプタデシルイミダゾールなどのイミダゾール化合物、トリエチルアミン、ベンジルジメチルアミン、 α -メチルベンジルジメチルアミン、2-(ジメチルアミノメチル)フェノール、2, 4, 6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノール、1, 8-ジアザビシクロ(5, 4, 0)ウンデセン-7などの3級アミン化合物、ジルコニウムテトラメトキシド、ジルコニウムテトラプロポキシド、テトラキス(アセチルアセトナト)ジルコニウム、トリ(アセチルアセトナト)アルミニウムなどの有機金属化合物およびトリフェニルホスフィン、トリメチルホスフィン、トリエチルホスフィン、トリブチルホスフィン、トリ(p-メチルフェニル)ホスフィン、トリ(ノニルフェニル)ホスフィンなどの有機ホスフィン化合物などの硬化促進剤を用いることができる。

【0021】

また、本発明のエポキシ樹脂組成物には、必要に応じてブロム化ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ブロム化フェノールノボラック型エポキシ樹脂などのブロム化エポキシ樹脂、ブロム化ポリカーボネート樹脂、ブロム化ポリスチレン樹脂、ブロム化ポリフェニレンオキサイド樹脂、テトラブロモビスフェノールA、デカブロモジフェニルエーテルなどの難燃剤を用いることができる。また、ノンハロゲン、ノンアンチモンの難燃剤として、たとえば、赤リン、酸化亜鉛等の無機化合物とフェノール樹脂等の熱硬化性樹脂で被覆された赤リン及びリン酸エステル等のリン化合物、メラミン、メラミン誘導体、メラミン変性フェノール樹脂、トリアジン環を有する化合物、シアヌル酸誘導体、イソシアヌル酸誘導体等の窒素含有化合物、シクロホスファゼン等のリン及び窒素含有化合物、水酸化アルミニウム、水酸化マグネシウム、酸化亜鉛、錫酸亜鉛、硼酸亜鉛、酸化鉄、酸化モリブデン、モリブデン酸亜鉛、ジシクロペンタジエニル鉄等の金属元素を含む化合物などが挙げられ、これらの1種を単独で用いても2種以上を組合わせて用い

てもよい。

また、本発明のエポキシ樹脂組成物には、必要に応じてエポキシシラン、アミノシラン、メルカプトシランなどのカップリング剤を用いることができる。

また、本発明のエポキシ樹脂組成物には、必要に応じて離型剤、着色剤、シリコン系応力緩和剤あるいはイオントラップ剤等の各種添加剤を用いることができる。

【0022】

次に、本発明に用いられる混練装置について説明する。

本発明に用いられる混練装置は、吸引孔が前記装置の下流側端部側部に配置されていることが好ましい。また、前記装置の混練部の軸部品について、上流側に混練物を送る軸部品を、混練領域の下流側に組み込むことが好ましい。

即ち、前記装置の軸部品の長手方向下流側端部、言い換えると前記装置の吐出口に隣接する部分に、樹脂の流れ方向を反転させて前記吐出口から樹脂を吐き出すための軸部品を設けることが好ましい。また、前記吸引孔が吸引手段としてのブローアに接続されていることが好ましい。

図1は、本発明に用いられる混練装置の1実施形態として2軸混練機1の側部断面の概略図を表わしている。

【0023】

本発明に用いられる混練機は、図1に示されるように、軸部品10と、前記軸部品10の周囲に設けられる内部壁11と、前記軸部品10と内部壁11の間に形成された混練部12と、樹脂の送り方向下流に設けられた吸引孔18に接続された吸引手段としてのブローア20と、から主に構成されている。また、樹脂の送り方向の上手と下手にそれぞれ供給口16と吐出口17が設けられている。

混練機供給口16には、エポキシ樹脂組成物の供給をガイドするためのシュート30があり、シュート30の下端31とはねじ等（省略）で連結されている。シュート下端31には、外気導入管40が取り付けられている。外気導入管40は、異物進入防止のために、途中の場合にはフィルタ、先端の場合にはフィルタまたは先端開口が下側を向ける等の対策を講じることは妨げない他、形状を規定するものではない。また、外気導入管40の取り付け位置は、図に示す位置他、

供給機排出口以降、混練機供給口の任意の位置であってもよい。

吐出口 17 には、混練物の付着防止のために冷却水を通水している吐出口部品 50 を取り付けられている。

尚、前記吐出口の近傍には、所望により、混練物を圧延するための圧延ロールが設けられている。

【0024】

前記混練機 1 には、前記軸部品 10 を取り囲むように内部壁 11 が設けられることにより混練部 12 が形成されている。そして、混練部 12 の揮発ガスを前記混練機の外部に放出するべく、前記吸引手段としてのブロア 20 が、前記装置の混練領域（図中、矢印で示される部分）より樹脂の送り方向下流に、前記装置の下流側端部側部に配置された吸引孔 18 を介して設けられている。

【0025】

このように構成したことから、前記吸引手段を作動させると、前記吸引孔 18 を介して混練部の揮発ガスを前記装置内部から効率良く前記装置外部に排出することとなる。この操作は、前記装置の供給口と吐出口から外気を吸引しながら行う。供給口部からの外気導入は、混練機の内部の変化から間欠的に吸い込まれる場合も生じる。

このとき吸引風量が $3 \sim 60 \text{ m}^3/\text{h}$ 、供給口部風量が $0.1 \sim 2 \text{ m}^3/\text{h}$ で外気を吸引することが好ましい。更に好ましくは吸引風量が $6 \sim 30 \text{ m}^3/\text{h}$ 、供給口部風量が $0.25 \sim 1.2 \text{ m}^3/\text{h}$ である。吸引風量 $3 \text{ m}^3/\text{h}$ 未満あるいは供給口部風量 $0.1 \text{ m}^3/\text{h}$ 未満では、ボイドの低減、圧延ロールへの混練物の付着トラブル発生の頻度低減等の効果が低くなる。また、吸引風量 $60 \text{ m}^3/\text{h}$ 超、供給口部風量 $2 \text{ m}^3/\text{h}$ 超では、効果に差がなく、風量が大きくなりすぎると吸い込みすぎによって吸引孔が詰まりやすくなるなど別のトラブル発生の可能性も出てくるため、好ましくない。

ここで、吸引風量とは吸引孔における吸引風量をさし、供給口部風量とは供給口における吸引風量をさす。例えば、図 1 において、吸引風量とは、吸引孔 18 における吸引風量のことであり、供給口部風量とは、供給口 16 の外気導入管 40（直径 50 mm ）の直管部 41 における吸引風量のことである。

【0026】

本発明においては、混練物中の揮発ガスの残留量が飛躍的に減少し、それに伴って吐き出し口から放出される揮発ガス量も減少する。その結果、揮発成分が混練物中に混ざり込むことや揮発成分が液化し圧延ロールに付着することが防止されるのである。即ち、半導体パッケージのモールド時にボイド（空洞）が発生しなくなり、また、前記液体の圧延ロールへの付着が防止されることで混練装置の信頼性が向上することとなる。

【0027】

本発明に用いられる混練装置は、半導体封止用エポキシ樹脂組成物を混練できるものであり、かつ吸引手段を取り付けることができるものであれば特に限定されるものではない。従って、従来公知の混練装置に吸引手段を設けた混練装置を用いることができる。本発明に用いられる混練装置として、例えば、1軸混練機、2軸混練機等の軸部品を胴体で覆った連続混練機を用いることが好ましい。このうち生産効率の観点から、2軸混練機を用いることが特に好ましい。これらは、例えば、商品名KRCニーダー（（株）栗本鐵工所製）など、商業的に入手可能なものである。

【0028】

本発明に用いられる吸引手段は、混練装置内の揮発性ガスを装置外部に排出できるものであれば特に限定されることはない。具体的には、混練装置の内部の揮発ガスを $60\text{ m}^3/\text{h}$ 以上で吸引できる能力を有するものが好ましく、例えばプロア、真空ポンプ等が吸引手段として用いられる。これら吸引手段は、商業的に入手可能なものである。真空ポンプ等の真空型吸引手段と比較して、プロアは大量の空気を吸引できることから、吸引手段としてプロア（たとえば昭和電機（株）製HSB型）を用いることが好ましい。

【0029】

前記吸引手段は、混練装置の所定の位置に設けられた吸引孔を介して配置される。ここで、吸引孔は、混練装置の混練領域よりも樹脂の流れ方向の下流側に設けられる。このように吸引孔を設けることで、揮発ガスが混練機の外部に効率良く排出されるようになる。好ましくは、図1に示されるように、吸引孔を混練装

置の吐出口の下流側端部側面に配置することが都合がよい。このように吸引孔を設けることにより混練物が吸引孔に到達しないからである。

【0030】

本発明の別の態様として、本発明の製造方法により得られた半導体封止用エポキシ樹脂組成物が提供される。好ましくは無機充填剤の配合量が組成物全体の70重量%以上97重量%以下であることを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物が提供される。また、本発明の製造方法により得られた半導体封止用エポキシ樹脂組成物は、成形性に優れていることより、本発明のさらに別の態様として、前記半導体封止用エポキシ樹脂組成物により封止された半導体装置が提供される。

【0031】

【実施例】

以下に実施例及び比較例を示して本発明について具体的に説明するが、本発明が以下の実施例に限定されるものでないことは言うまでもない。

【0032】

(実施例1～4及び比較例)

(1) エポキシ樹脂組成物の調製

エポキシ当量196、融点106℃のビスフェニル型エポキシ樹脂種（ジャパン・エポキシ・レジン株式会社製の商品名YX-4000H）4.3重量部、エポキシ等量75、軟化点80℃、臭素含量48重量%のビスフェノールA型ブロム化エポキシ樹脂（住友化学工業株式会社製の商品名ESB-400T）0.8重量部、軟化点80℃のフェノールノボラック樹脂（明和化成株式会社製商品名H-1）4.8重量部、トリフェニルホスフィン0.2重量部、平均粒径17.5 μ m、比表面積3.8 m²/gの球状熔融シリカ88重量部、三酸化アンチモン0.3重量部、モンタン酸エステル（クラリアント社製）0.2重量部、カーボンブラック（三菱化学株式会社製の商品名MA-100）0.2重量部、及びγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン（エポキシシランカップリング剤）0.5重量部を混合し、予備混練（ドライブレンド）した後、下記（2）に示す通り、2軸混練機を用いて混練を行い、半導体封止用エポキシ樹脂組成物を得た。

【0033】

(2) 混練実験

図1に示される吸引手段を備えた2軸混練機を用いて混練実験を行った。その際、吸引を行いながら混練した場合（実施例1～4）と、そうでない場合（比較例）の揮発ガスの液化による圧延ロールへの落下の観察結果と、圧延ロールへの混練物の付着トラブルの集計結果及び得られた混練物を用いてパッケージをモールドした際のボイド評価を行った。

【0034】

吸引風量及び供給口部風量の測定は以下の方法で測定を行った。供給口16の外気導入管40（直径50mm）の直管部41に供給口部風量測定用の孔42を開け、風速計（柴田科学器械工業（株）製微風速計MODEL ISA-67）にて測定し外気導入管40の断面積を乗じて供給口部風量とした。また、吸い込み配管21の直管部22（直径120mm）に吸引風量測定用の孔23を開け、前記測定装置で風速を測定し、吸い込み配管21の断面積を乗じて吸引風量を求めた。

外気は、特に限定するものではないが、作業者が普通に作業をする雰囲気であり、望ましくは、30℃以下／相対湿度60％以下、さらに望ましくは、20℃以下／相対湿度40％以下がよい。さらに少しでも揮発を促進する目的で低露点の空気を外気導入管40に導いてもよい。

トラブルの集計は樹脂を連続して1トン混練する際に発生したトラブル発生回数数の平均値を求めることにより行った。ボイド評価は、得られた半導体封止用エポキシ樹脂組成物を用いて、180℃、6.9MPaの条件で、パッケージサイズが14×20mmのQFPパッケージを成形し、この成形品パッケージ表面を実体顕微鏡で観察し、直径が0.1mm以上0.5mm未満のピンホールのあるパッケージの割合を求めることにより行った。

【0035】

表1に実験条件と実験結果をまとめて示す。

【0036】

【表1】

	吸引風量 (m^3/h)	供給口部風量 (m^3/h)	液化の有 無	トラブル発生回数 (回/トン)	ボイド量 (ppm)	吸引孔の詰まり 回数 (回/トン)
実施例1	3	0.15	なし	0.3	2400	0.0
実施例2	6	0.25	なし	0.2	2400	0.0
実施例3	30	1.2	なし	0.03	300	0.0
実施例4	60	2	なし	0.02	200	0.01
比較例	なし	なし	あり	1.1	5300	—

実施例1～4において混練機内で発生する揮発成分の液化がなくなるとともに、ボイド量が大幅に減少することが確認された。また、圧延ロールのトラブル発生回数が大幅に減少することも確認された。

【0037】

これに対して、従来技術を示す比較例においては、揮発成分の液化が起これるとともに、ボイド量が多いことが確認された。また、圧延ロールのトラブル発生回数が多いことも確認された。

【0038】

このように、本発明によれば、半導体パッケージをモールドする際に発生するボイド量を減少せしめることができ、しかも装置の信頼性の向上も図ることができる。従って、高品質の半導体封止用エポキシ樹脂組成物を生産性よく製造することができる。

【0039】

(3) 連続運転実験

また、本発明に係る混練装置としての信頼性と安定性を確認するために混練装置の連続運転実験を行った。すると、実施例1～4のいずれの条件下においても本発明に係る混練機を80時間以上連続運転させることが可能であった。さらに、実施例1～4の条件下で混練機を120時間連続運転させた後に得られた樹脂組成物のボイド量を前記と同様に評価したところ、前記実施例1～4の実験結果と同様の良好な結果が得られた。

【0040】

従って、本発明に係る半導体封止用エポキシ樹脂組成物の混練装置によれば、

良好な半導体封止用エポキシ樹脂組成物が得られることの他に、装置の信頼性と安定性の向上を図ることが可能になることが確認された。

【0041】

以上本発明について説明してきたが、本発明は上記発明に限定されるものではない。従って、実施例においては2軸混練機を用いたが、1軸混練機等を用いてもかまわない。

【0042】

【発明の効果】

本発明は、以上のような構成を有することより、生産性良く、半導体成形時にボイドの少ない半導体封止用エポキシ樹脂組成物が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】

図1は、本発明に用いられる2軸混練機の側部断面図を示す。

【符号の説明】

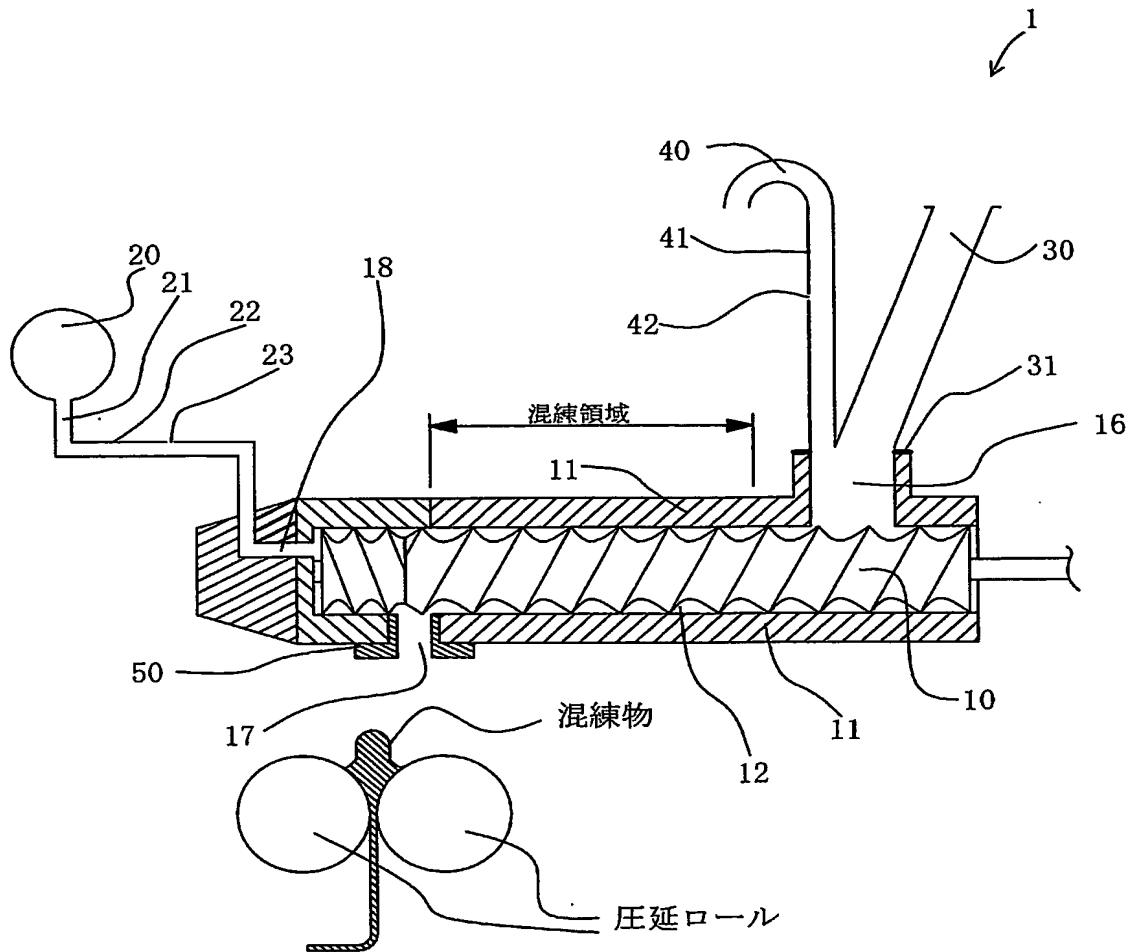
- 1 2軸混練機（混練装置）
- 10 軸部品
- 11 内部壁
- 12 混練部
- 16 供給口
- 17 吐出口
- 18 吸引孔
- 20 プロア（吸引手段）
- 21 吸い込み配管
- 22 吸い込み配管の直管部
- 23 吸引風量測定用の孔
- 30 シュート
- 31 シュート下端
- 40 外気導入管
- 41 外気導入管の直管部

4 2 供給口部風量測定用の孔

5 0 吐出口部品

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 連続運転条件下においても揮発ガスの排出が効率よく行える半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法を提供する。

【解決手段】 混練装置を用いた半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法において、前記混練装置は、混練部の混練領域より前記エポキシ樹脂組成物の送り方向下流に吸引孔が設けられており、前記エポキシ樹脂組成物の送り方向上手及び下手にはそれぞれ供給口及び吐出口が設けられており、前記吸引孔を介して前記混練装置内部のガスを前記混練装置外部に排出すると同時に前記供給口及び前記吐出口部の開口を介して外気を吸引しながら前記エポキシ樹脂組成物を混練することを特徴とする半導体封止用エポキシ樹脂組成物の製造方法。

【選択図】 図 1

特願 2003-022571

出願人履歴情報

識別番号

[000004455]

1. 変更年月日

1993年 7月27日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

氏 名

日立化成工業株式会社